

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-061297

(43)Date of publication of application : 05.03.1999

(51)Int.Cl.	C22C 14/00
	C22F 1/18
	// C22F 1/00
	C22F 1/00
	C22F 1/00
	C22F 1/00
	C22F 1/00
	C22F 1/00

(21)Application number : 09-216326

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 11.08.1997

(72)Inventor : FUJII HIDEKI
NAGAI ISAO

(54) Ti-Fe-O-N HIGH STRENGTH TITANIUM ALLOY PLATE SMALL IN IN-PLANE ANISOTROPY, AND ITS MANUFACTURE**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the Ti alloy plate high in strength and ductility both in the longitudinal direction and in the width direction by comprising the specified composition, and specifying the tensile strength in the longitudinal direction and in the width direction of the plate, the ratio of the tensile strength in the longitudinal direction of the plate to that in the width direction, and the tensile elongation.

SOLUTION: A Ti-Fe-O-N Ti-alloy plate is small in in-plane anisotropy, and high in strength and ductility both in the longitudinal direction and in the width direction has the composition consisting of, by weight, 0.8-2.3% Fe, ≤0.05% N, and the balance substantially Ti, and the oxygen equivalent $Q:[O]+2.77[N]+0.1[Fe]$ is in the range of 0.35-1.00. Both the tensile strength in the longitudinal direction and in the width direction of the plate is ≥700 MPa, the ratio of the tensile strength in the longitudinal direction to that in the width direction is 0.95 to 1.05, and the tensile elongation both in the longitudinal direction and in the width direction is ≥15%. The stability during the working into the final product shape and the practical use can be realized at a low cost.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.07.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-61297

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月5日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 2 C 14/00

C 2 2 C 14/00

Z

C 2 2 F 1/18

C 2 2 F 1/18

H

// C 2 2 F 1/00

6 2 3

1/00

6 2 3

6 8 2

6 8 2

6 8 3

6 8 3

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-216326

(22) 出願日

平成9年(1997) 8月11日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 藤井 秀樹

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式

会社技術開発本部内

(72) 発明者 永井 勲

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1-1 新日

本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(74) 代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

(54) 【発明の名称】 面内異方性の小さいTi-F e-O-N系高強度チタン合金板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 面内異方性が小さいために、板の長さ方向および幅方向のいずれの方向においても、高強度かつ高延性であるような、実用的なTi-F e-O-N系高強度チタン合金板およびその製造方法の提供。

【解決手段】 重量%で、Fe: 0. 8~2. 3%、N: 0. 05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値Qが、0. 35~1. 00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700MPa以上、長さ方向と幅方向の引張強さの比が、0. 95以上1. 05以下、長さ方向および幅方向の引張伸びがいずれも15%以上であるTi-F e-O-N系高強度チタン合金板。また、チタン合金を分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延、焼鈍の工程を、特定の圧延方向、圧下率、焼鈍温度、焼鈍時間に行うチタン合金板の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量%で、Fe：0.8～2.3%、N：0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q=[O]+2.77[N]+0.1[Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700MPa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が、0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とするTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板。

【請求項2】 酸素等量値Qが0.68～1.00の範囲にあり、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも900MPa以上であることを特徴とする請求項1記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板。

【請求項3】 重量%で、Fe：0.8～2.3%、N：0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q=[O]+2.77[N]+0.1[Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブを、β変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直交する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が、0.70～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項1記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板の製造方法。

【請求項4】 重量%で、Fe：0.8～2.3%、N：0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q=[O]+2.77[N]+0.1[Fe]$ が、0.68～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブを、β変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直交する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が、0.70～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項2記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄、酸素、窒素を主要合金元素として含有する、Ti-Fe-O-N系の高強度チタン合金からなる板に関する。また、その製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】Ti-6Al-4Vに代表される高強度α+β型チタン合金は軽量、高強度、高耐食性に加え、溶接性、超塑性、拡散接合性などの利用加工諸特性を有することから、航空機産業を中心に多用されてきた。これらの特性を、さらに活用すべく、近年では、ゴルフ用品をはじめとしたスポーツ用品にも使用されるようになってきており、自動車部品、土木建築用素材、各種工具類、深海やエネルギー開発用途など、いわゆる民生品分野への適用拡大も進行中である。しかし、α+β型チタン合金の著しく高い製造コストがその進行速度を遅くしており、これら民生品分野への適用拡大を推進するには、安価なチタン合金の開発が求められている。

【0003】これら高強度α+β型チタン合金の製造コストが高い理由としては、i) Vなどの高価なβ相安定化元素を使用していること、ii) α相安定化元素および固溶強化元素として使用しているAlが、熱間での変形抵抗を著しく高め、熱間加工性を損ねるため、加工しにくく、また割れなどの欠陥を生じ易い、の2点を挙げることができる。特に、iii) は、主要製品である板を製造する際の大きな高コスト要因であり、圧延途中で再加熱を必要としたり、板端部に割れを生じ材料歩留まりが低下するなどの問題点があった。

【0004】このような状況下で、近年、低コストチタン合金が種々提案されており、中でも、Ti-Fe-O-N系高強度チタン合金は、安価なFeをβ相安定化元素として採用し、さらに、熱間加工性を低下させるAlに替わって安価でかつ熱間での加工性を損なわない酸素や窒素をα相安定化元素として採用していることから、従来のα+β型チタン合金に比べて、相当な低コスト化が期待されている。

【0005】ところが、このTi-Fe-O-N系チタン合金は、通常の一方圧延により板を製造すると、極端な板面内材質異方性が生じ、板の長さ方向の特性は優れるも、幅方向の、特に延性が極端に乏しくなってしまうという問題点があった。そのため、面内異方性が小さく、板の長さ方向および幅方向ともに高強度・高延性のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板の誕生が強く望まれていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】このような面内異方性は、既存のα型やα+β型チタン合金では、特公昭62-24498号公報に開示されているように、クロス圧延を繰り返すことにより軽減させることができることが知られている。しかし、この方法は、インゴットを

ブレイクダウンし、異方向への圧延と焼鈍からなる工程を繰り返し実施する必要があるなど複雑な工程であり、高コストとなってしまふ。すなわち、この方法をTi-Fe-O-N系チタン合金に適用すると、折角の低コストという合金の特徴を台無しにしてしまうという問題点があった。

【0007】本発明は、このような問題点に鑑み、低コストというTi-Fe-O-N系高強度合金の特徴を最大限に発揮させ、面内異方性が小さく、板の長さ方向および幅方向のいずれの方向においても、高強度・高延性であるような実用的な板製品を提供しようとするものであり、さらに、この製品の製造方法を提供することを目的としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、発明者はTi-Fe-O-N系高強度合金の異方性の原因を鋭意検討した結果、初期圧延方向と直交する方向に適度な圧下率で一度だけ圧延することにより、複雑なクロス圧延を繰り返さなくとも、強度および延性の面内異方性が著しく減少するという知見を得るに至り、本発明を完成させたもので、本発明は、下記の構成を要旨とする。

(1) 重量%で、Fe: 0.8~2.3%、N: 0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値: $Q = [O] + 2.77[N] + 0.1[F]$ が、0.35~1.00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700MPa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が、0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とするTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板。

(2) 酸素等量値Qが0.68~1.00の範囲にあり、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも900MPa以上であることを特徴とする前記(1)記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板。

(3) 重量%で、Fe: 0.8~2.3%、N: 0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値: $Q = [O] + 2.77[N] + 0.1[F]$ が、0.35~1.00の範囲にあるチタン合金の塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブを、β変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直交する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が、0.70~1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃~β変態点未満

の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする前記

(1) 記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板の製造方法。

(4) 重量%で、Fe: 0.8~2.3%、N: 0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値: $Q = [O] + 2.77[N] + 0.1[F]$ が、0.68~1.00の範囲にあるチタン合金の塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブを、β変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直交する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が、0.70~1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃~β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする前記

(2) 記載のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板の製造方法。

【0009】

【発明の実施の形態】一般に、Alを含有するα型やα+β型チタン合金を熱間加工すると、強い集合組織が形成することがよく知られている。なかでも、一方向に圧延した場合には、トランスバース集合組織と呼ばれる集合組織が形成し、板の長さ方向に比べて、板幅方向の強度が高くなり、相反的にこの方向の延性が著しく低下する。一方、このトランスバース集合組織を有する板を、最初の圧延方向と直交する方向に圧延すると、トランスバース集合組織が減少し、ベーサル集合組織と称される集合組織が強くなってくる。このベーサル集合組織が発達してくると、板面内の異方性は減少する。

【0010】本発明者は、Ti-Fe-O-N系高強度チタン合金の集合組織に関して鋭意研究を重ねた結果、次のような新知見を得た。すなわち、(a) この合金のように酸素、窒素を添加した合金系を圧延すると、Ti-6Al-4Vなど既存のAl含有α+β型チタン合金に比べて、トランスバース集合組織が著しく発達しやすく、その結果、既存のAl含有α+β型チタン合金に比べて、面内異方性が著しく強くなる、(b) 逆に、Ti-Fe-O-N系チタン合金のトランスバース集合組織は、初期圧延方向と直交する方向に、適度な圧下率で一度だけ圧延することにより、複雑なクロス圧延を繰り返さなくとも、容易にベーサル集合組織に変換でき、しかも、その集積度がTi-6Al-4Vなど既存のAl含有α+β型チタン合金に比べて著しく高く、強度および延性の面内異方性が著しく減少するという知見を得た。

【0011】本発明は、上記知見を基に成されたもので、Ti-Fe-O-N系合金の冶金的特徴を十分に活用した発明である。さて、本発明の、低コストでかつ板

面内異方性が小さく、板の長さ方向および幅方向ともに高強度・高延性であるような、実用的Ti-Fe-O-N系チタン合金板は、前記(1)記載のような特徴がある。すなわち、重量%で、Fe:0.8~2.3%、N:0.05%以下を含有し、残部が実質的にTiであって、酸素等量値:Q=[O]+2.77[N]+0.1[Fe]が、0.35~1.00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700MPa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が、0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とするTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板である。

【0012】引張強さが700MPa未満の強度レベルは、たとえば、JIS 4種純チタンなどで達成されており、高強度チタン合金のカバーする範疇ではない。また、15%以上の引張伸びは、板の長さ方向および幅方向の両方向において、確保されていないと、高強度合金が使用されるような高荷重の加わる用途では不十分である。また、板の長さ方向と幅方向の引張強さの比が0.95以上1.05以下でないと、曲げなどの加工を行った際、不均一な変形がおこり形状が安定しないなどの不都合が生ずる。以上のような強度・延性の特徴を有するTi-Fe-O-N系チタン合金板は、安価であると同時に、最終製品形状への加工、実際の使用上の安定性という実用的観点から、きわめて有用な製品である。

【0013】なお、Ti-Fe-O-N系高強度チタン合金において、Feの含有量を0.8~2.3%に限定したのは、下記の理由による。すなわち、Feはβ相を生じせしめ組織微細化を促すので、強度・延性を高めるために添加する元素であるが、凝固偏析しやすい元素であり、2.3%を超えるFeを含有する合金では、凝固偏析が非常に顕著となり、その部分では延性が低下するため、本発明の効果が十分達成できない。また、0.8%未満のFeしか含まない合金では、組織微細化効果が不十分で、その結果、強度・延性も不十分になってしまう。

【0014】また、Q値を0.35~1.00%としたのは次の理由による。すなわち、Q値=[O]+2.77[N]+0.1[Fe]は、合金の強度を示す指標であり、合金元素である、Fe、O、Nの強度に寄与する程度が、O:N:Fe=1:2.77:0.1であることをもとに考案された式である。そして、Qが0.35~1.00となるような合金は、700MPa~1200MPa程度の引張強さを有する高強度合金である。すなわち、Qが0.35に満たないような合金では、強度が低いため、また、Qが1.00を超えるような超高強度合金は、元来延性が低く、板の長さ方向および幅方向ともに、15%以上の引張伸びを確保することが困難であるため、本発明の対象外である。

【0015】また、Nの含有量を0.05%以下としたのは、これを超えて添加すると、Tiとの化合物が析出して、延性が低下するため、板の長さ方向および幅方向ともに、15%以上の引張伸びを確保することが困難であるからである。この面内異方性が小さく、長さ方向および幅方向ともに高強度・高延性の板は、前記(3)記載の方法にて製造することができる。

【0016】一般に、板の製造は、熱間ストリップ圧延機のような連続圧延機を用いるか、厚板圧延機のようなリバース型圧延機を用いて行われる。このうち、熱間ストリップ圧延機を用いると、圧延方向が一定であるために、一方向への強圧延が避けられず、極端な板面内材質異方性が生じてしまう、この結果、板の長さ方向の特性は優れるも、板幅方向の延性が極端に乏しくなってしまう。よって、この方法は適用できない。これに対し、リバース型圧延機で板を製造する場合、実際に複雑なクロス圧延が繰り返して行われているように、圧延方向を途中で変えることができる。したがって、この製造方法は、後者のリバース型圧延機の使用が前提となる。

【0017】この製造方法は、Ti-Fe-O-N系高強度チタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブを、β変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行い板を製造する。ここで、1)分塊圧延前の鋳塊またはスラブ加熱温度、分塊圧延後の分塊スラブの加熱温度は、共に当該合金のβ変態点以下であることが必要であり、2)分塊圧延方向と幅出し圧延方向は同一方向で、長さ圧延方向はこれらと直交する方向でなくてはならず、3)分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率比は、0.70~1.43の範囲でなくてはならない。また、4)分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率は80%以上でなくてはならない。その理由について以下に説明する。

【0018】この合金は、先に述べたように、一方向の圧延できわめて強い面内異方性が発達するという特徴を有しているが、これと直交する方向に圧延すると、複雑なクロス圧延を繰り返さなくとも、容易に面内異方性を低減できるという冶金的特徴をも有している。したがって、製造工程途中で、一度だけ圧延方向を変更すればよいのであるが、二つの方向の圧延における圧下率の比を1に近くしなければならない。言い換えると、ある方向への圧延における圧下率と、これと直交する方向への圧延における圧下率が、あまり大きく違わないようにする必要がある。リバース型の圧延機を用いて板を製造する場合、最後の長さ方向圧延の圧下率が高くなることは避けられないので、その前の幅出し圧延と、さらに、これに先立つ分塊圧延の方向を等しくし、両者の総圧下率を、長さ方向圧延の圧下率に近づけることにより、はじめて二つの方向への圧延における圧下率の比を1に近づ

8

【００２１】次に、圧延を終了した板は、 $600^{\circ}\text{C}\sim\beta$ 変態点未満の温度にて１０分以上の焼鈍を行う。これにより、余分な加工歪みが除去され、板幅方向、長さ方向ともに強度、延性に優れた製品が製造できる。ここで、焼鈍条件を $600^{\circ}\text{C}\sim\beta$ 変態点未満としたのは、 600°C 未満では拡散が不十分で、歪みの除去が完全ではなく、高延性が達成されないためで、また、 β 変態点以上の温度に加熱すると、組織が粗大化し、これも延性が低下してしまうからである。また、焼鈍時間を１０分以上としたのは、如何なる板厚や板幅においても、これ未満*

【表 1】

試験番号	スラブ厚さ	分塊圧延の加熱温度	分塊圧延の圧下率	板圧延前の素材の加熱温度	幅出し圧延の圧下率	分塊圧延と幅出し圧延の総圧下率 (a)	長さ方向圧延の圧下率 (b)	長さ方向圧延の方向*	a/b	最終板厚	分塊圧延以降の総圧下率	備考
1	90mm	—	—	860℃	—	—(0%)	93%	—	0	6mm	93%	一方向圧延 比較例
2	90mm	—	—	860℃	56%	56%	85%	—	0.66	6mm	93%	分塊圧延なし 比較例
3	250mm	900℃	64%	860℃	56%	84%	85%	L	0.99	6mm	97.6%	比較例
4	250mm	900℃	64%	860℃	56%	84%	85%	C	0.99	6mm	97.6%	本発明2, 4
5	250mm	990℃	64%	860℃	56%	84%	85%	C	0.99	6mm	97.6%	比較例
6	250mm	930℃	64%	860℃	56%	84%	85%	C	0.99	6mm	97.6%	本発明2, 4
7	90mm	900℃	11%	860℃	50%	56%	66%	C	0.85	13.5mm	85%	本発明2, 4
8	90mm	900℃	11%	860℃	50%	56%	44%	C	1.27	22.5mm	75%	比較例

* : L...分塊圧延と長さ方向圧延の方向が同一、幅出し圧延方向はこれと直交
C...分塊圧延と幅出し圧延方向が同一、長さ方向圧延の方向はこれと直交

【0026】

【表2】

試験番号	板長さ方向の引張強さ (c)	板長さ方向の引張伸び	板幅方向の引張強さ (d)	板幅方向の引張伸び	c/d	備考
1	961MPa	25.1%	—*	3.2%	—	一方向圧延 比較例
2	974MPa	20.3%	1035MPa	9.0%	0.94	分塊圧延なし 比較例
3	966MPa	22.9%	—*	2.9%	—	比較例
4	989MPa	20.7%	991MPa	21.2%	1.00	本発明2, 4
5	960MPa	13.2%	977MPa	9.8%	0.98	比較例
6	993MPa	19.5%	994MPa	19.9%	1.00	本発明2, 4
7	949MPa	19.3%	990MPa	15.7%	0.96	本発明2, 4
8	989MPa	12.6%	963MPa	14.0%	1.03	比較例

*引張強さに到達前に破断

【0027】さて、表1において、試験番号1は90mmの厚さのスラブを分塊圧延、幅出し圧延なしで、直接、長さ方向圧延（一方向圧延）に供した例である。表2に示すように、板の長さ方向には、高強度・高延性が達成されているが、板幅方向の延性はほとんどなく、引張伸びでわずか3.2%で、引張強さに到達する前に試験中に破断し、引張強さの測定ができなかった。試験番号2は、分塊圧延を行わず（分塊圧延の圧下率=0%）、幅出し圧延と長さ方向圧延のみを行った場合である。この場合、分塊圧延と幅出し圧延の総圧下率（a）と長さ方向圧延の圧下率（b）の比（a/b）が、本発明4に記載の方法に規定された0.70～1.43の範囲よりも小さかったため、板幅方向の引張伸びが不十分であり、また板の長さ方向の引張強さ（c）と板幅方向の引張強さ（d）の比（c/d）も、本発明3に記載された0.95～1.05の範囲を逸脱しており、板面内異方性が強くなってしまった。試験番号3は、分塊圧

延、幅出し圧延、長さ方向圧延を順に実施した例であるが、分塊圧延と長さ方向圧延の方向が同一方向であったため、本発明の効果が達成されず、板の長さ方向の強度・延性は優れるも、面内異方性が強く、特に板幅方向の延性が著しく乏しくなってしまった。試験番号5は、分塊圧延の加熱温度が、 β 変態点以上で、本発明4の方法に規定された温度域をはずれたため、組織が粗大化し延性が両方向とも乏しくなった。さらに、試験番号8は、分塊圧延以降の総圧下率が本発明4記載の方法に規定された80%未満であったため、十分な組織微細化が達成されず、両方向とも延性が低くなってしまった。

【0028】以上の比較例に対し、本発明の実施例である、試験番号4、6、7はいずれも、板の長さ方向と幅方向の両方向の引張強さが900MPa以上でかつその比が0.95以上1.05以下であり、板の長さ方向と幅方向の両方向の引張伸びが15%以上であり、面内異方性が小さく、両方向ともに高強度・高延性のTi-F

e-O-N系高強度チタン合金板が得られている。

<実施例 2>真空アーク二回溶解法にてTi-1.5%Fe-0.5%O-0.04%N 鋳塊を製造し、1000℃加熱鍛造により、250mm厚-1000mm幅のスラブとし、850℃に加熱し、分塊圧延を行い90mm厚-1000mm幅とした。これを、900mm長さにて細分切断し、表3に示した条件にて圧延および焼鈍を行った。このときの圧延方向は、スラブの圧延方向と幅*

*出し圧延の方向が等しく、長さ方向圧延はこれと直交するように行った。すなわち、スラブの幅、長さ方向は、製品板の長さ、幅方向に各々対応する。そして、この板の長さ方向および板幅方向から引張試験片を切り出し、引張試験を行った。試験結果を表4に示す。

【0029】

【表3】

試験番号	板圧延前のスラブ加熱温度	幅出し圧延の圧下率	分塊圧延と幅出し圧延の総圧下率(a)	長さ方向圧延の圧下率(b)	a/b	最終板厚	分塊圧延以降の総圧下率	焼鈍温度	焼鈍時間	備考
9	990℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	750℃	1時間	比較例
10	930℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	750℃	1時間	本発明2. 4
11	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	750℃	1時間	本発明2. 4
12	850℃	1%	64%	85%	0.75	6mm	97.6%	750℃	1時間	本発明2. 4
13	850℃	56%	84%	62%	1.35	15.2mm	93.9%	750℃	1時間	本発明2. 4
14	850℃	56%	84%	56%	1.50	17.6mm	93.0%	750℃	1時間	比較例
15	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	580℃	5時間	比較例
16	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	620℃	5時間	本発明2. 4
17	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	930℃	7分	比較例
18	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	930℃	15分	本発明2. 4
19	850℃	56%	84%	85%	0.99	6mm	97.6%	990℃	15分	比較例

【0030】

【表4】

試験番号	板長さ方向の引張強さ(c)	板長さ方向の引張伸び	板幅方向の引張強さ(d)	板幅方向の引張伸び	c/d	備考
9	950MPa	13.0%	978MPa	9.2%	0.97	比較例
10	991MPa	20.8%	990MPa	21.2%	1.00	本発明2. 4
11	1003MPa	20.8%	1002MPa	21.1%	1.00	本発明2. 4
12	978MPa	22.2%	1001MPa	19.5%	0.98	本発明2. 4
13	981MPa	17.3%	952MPa	18.9%	1.03	本発明2. 4
14	1000MPa	12.3%	942MPa	20.8%	1.06	比較例
15	1009MPa	13.3%	1006MPa	11.8%	1.00	比較例
16	991MPa	21.2%	988MPa	20.1%	1.00	本発明2. 4
17	1010MPa	12.3%	1007MPa	12.6%	1.00	比較例
18	999MPa	22.0%	1003MPa	21.1%	1.00	本発明2. 4
19	-*	5.5%	-*	4.2%	-	比較例

*引張強さ到達前に破断

【0031】さて、表3において、試験番号10、11、12、13、16、18はいずれも本発明の実施例であり、表4に示すように、いずれも板の長さ方向と幅方向の両方向の引張強さが900MPa以上でかつその

比が0.95以上1.05以下であり、板の長さ方向と幅方向の両方向の引張伸びが15%以上であり、面内異方性が小さく、両方向ともに高強度・高延性のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板が得られている。試験

番号16は焼鈍とクリープ矯正を兼ねて実施した例であるが、この場合も優れた特性の板が得られている。試験番号12では、幅出し圧延の圧下率は1%としたが、これは板の形状を整えるために行ったものであり、実質的に幅出し圧延は行っていない。

【0032】以上の実施例に対し、試験番号9、14、15、17、19では、板の長さ方向と板幅方向の両方向の伸びが小さくなる、あるいは、一方向の延性が小さく強度が高い面内異方性が現れてしまった。試験番号9は、板圧延前のスラブ加熱温度が、 β 変態点以上で、本発明4の方法に規定された温度域をはずれたため、組織が粗大化し延性が両方向とも乏しくなった。試験番号14は、分塊圧延と幅出し圧延の総圧下率(a)と長さ方向圧延の圧下率(b)の比(a/b)が、本発明4に記載の方法に規定された0.70~1.43の範囲よりも大きく、長さ方向の引張伸びが不十分であり、また板の長さ方向の引張強さ(c)と板幅方向の引張強さ(d)の比(c/d)も、本発明3に記載された0.95~1.05の範囲を逸脱しており、板面内異方性が強くなってしまった。試験番号15は焼鈍温度が、本発明4記載の方法に規定された下限温度以下であったため、拡散が不十分で歪みの除去が不十分となり両方向とも高延性が達成されなかった。試験番号17は、焼鈍時間が、本発明4記載の方法に規定された下限時間以下であったため、拡散が不十分で歪みの除去が不十分となり両方向共*

*に高延性が達成されなかった。試験番号19は、焼鈍温度が、本発明4記載の方法に規定された上限温度以上の β 変態点以上であったため、組織が粗大化し、これも両方向の延性が低下してしまった。

＜実施例3＞真空アーク二回溶解法にて表5に示す組成、 β 変態点のTi-Fe-O-N系チタン合金を溶解し、1000℃加熱鍛造により、250mm厚-1000mm幅のスラブとし、 β 変態点以下の温度である850℃に加熱し、分塊圧延を行い90mm厚-1000mm幅とした。このスラブを、900mm長さに切断し、再度850℃に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を行い6mm厚の板を製造した。このときの圧延方向は、スラブの圧延方向と幅出し圧延の方向が等しく、長さ方向圧延はこれと直交するように行った。すなわち、スラブの幅、長さ方向は、製品板の長さ、幅方向に各々対応する。また、このときの、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率比は、1.00であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率は97.6%である。その後、圧延した板は750℃-1hの焼鈍を行い空冷した。そして、この板の長さ方向および板幅方向の引張試験片を切り出し、引張試験を行った。試験結果を表5に併せて示す。

【0033】

【表5】

試験番号	組 成	変態点	酸素等量	板長さ方向の引張強さ(c)	板長さ方向の引張伸び	板幅方向の引張強さ(c)	板幅方向の引張伸び	c/d	備 考
20	Ti-0.7%Fe-0.5%O-0.04%N	970℃	0.68	893MPa	14.3%	897MPa	14.4%	1.00	比較例
21	Ti-0.9%Fe-0.5%O-0.04%N	965℃	0.70	950MPa	20.2%	952MPa	19.3%	1.00	本発明2, 4
22	Ti-1.0%Fe-0.2%O-0.01%N	935℃	0.33	683MPa	25.4%	689MPa	26.4%	0.99	比較例
23	Ti-1.0%Fe-0.2%O-0.03%N	935℃	0.38	742MPa	24.5%	738MPa	23.3%	1.00	本発明1, 3
24	Ti-1.5%Fe-0.5%O-0.06%N	960℃	0.82	1049MPa	11.0%	1052MPa	9.2%	1.00	比較例
25	Ti-2.5%Fe-0.5%O-0.04%N	940℃	0.86	1052MPa	12.2%	1059MPa	10.1%	1.00	比較例
26	Ti-2.1%Fe-0.5%O-0.04%N	945℃	0.82	1043MPa	19.3%	1044MPa	19.0%	1.00	本発明2, 4
27	Ti-2.0%Fe-0.6%O-0.04%N	955℃	0.91	1124MPa	15.3%	1119MPa	15.1%	1.00	本発明2, 4
28	Ti-2.0%Fe-0.75%O-0.045%N	970℃	1.07	-*	6.0%	-*	5.5%	-	比較例
29	Ti-1.5%Fe-0.5%O-0.04%N-0.1%Pd	960℃	0.76	995MPa	20.0%	990%	21.2%	1.01	本発明2, 4
30	Ti-1.0%Fe-0.2%O-0.03%N-0.25%Ni	935℃	0.38	749MPa	23.3%	742MPa	22.8%	1.01	本発明1, 3

*引張強さに達前に破断

【0034】さて、表5において、試験番号21、23、26、27、29、30は、本発明の実施例であり、いずれも板の長さ方向と幅方向の両方向の引張強さが700MPa以上でかつその比が0.95以上1.05以下であり、板の長さ方向と幅方向の両方向の引張伸びが15%以上であり、面内異方性が小さく、両方向と

もに高強度・高延性のTi-Fe-O-N系高強度チタン合金板が得られている。試験番号29および30は、耐食性向上のためあるいは不純物として、PdやNiを0.3%以下含んでいるが、本発明の効果は十分に達成されている。

【0035】一方、試験番号20は、Feの含有量が

0.8%未満であったため、組織微細化効果が不十分で、その結果、酸素等量値に見合うだけの高強度（引張強さが900MPa以上）および高延性（引張伸びで15%以上）が達成されなかった。試験番号22は、酸素等量値が本発明が対象としている0.35に満たないため、強度が低く（引張強度で700MPa以下）、本発明の適用対象外である。試験番号24は、窒素が0.05%を越えて添加されたため、Tiと窒素の化合物が析出し、延性が低下してしまった。試験番号25は、Feの含有量が、2.3%を超えたため、凝固偏析が発生し、その部分で延性が低下した。試験番号28は、酸素*

*等量値が1.00を越えたため、板幅方向および長さ方向ともに、延性が低下してしまった。

【0036】

【発明の効果】以上説明したように、本発明により、面内異方性が小さく、板の幅方向および長さ方向の両方向において、高強度・高延性の、実用的なTi-Fe-O-N系チタン合金板を、また、これを製造する方法を提供でき、低コストというTi-Fe-O-N系高強度合金の特徴を最大限に発揮させることができる。したがって、本発明は、極めて工業的価値の高い発明であるといえる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

F I

C 2 2 F 1/00

6 8 4

C 2 2 F 1/00

6 8 4 C

6 9 1

6 9 1 B

6 9 4

6 9 1 C

6 9 4 A

【公報種別】特許法第 1 7 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 4 区分

【発行日】平成 1 4 年 1 月 9 日 (2 0 0 2 . 1 . 9)

【公開番号】特開平 1 1 - 6 1 2 9 7

【公開日】平成 1 1 年 3 月 5 日 (1 9 9 9 . 3 . 5)

【年通号数】公開特許公報 1 1 - 6 1 3

【出願番号】特願平 9 - 2 1 6 3 2 6

【国際特許分類第 7 版】

H04N 5/93

G06F 3/06 301

540

13/36 310

17/30

G11B 20/10

H04N 7/16

7/173

C22C 14/00

C22F 1/18

// C22F 1/00 623

682

683

684

691

694

【 F I 】

H04N 5/93 E

G06F 3/06 301 E

301 X

540

13/36 310 E

G11B 20/10 Z

H04N 7/16 A

C22C 14/00 Z

C22F 1/18 H

1/00 623

682

683

684 C

691 B

【手続補正書】

【提出日】平成 1 3 年 7 月 3 0 日 (2 0 0 1 . 7 . 3 0)

【手続補正 1 】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 質量%で、Fe : 0. 8 ~ 2. 3 %、
 N : 0. 0 5 %以下を含有し残部が実質的にTiであつて、
 酸素等量値 : $Q = [\%O] + 2. 7 7 [\%N] + 0. 1 [\%Fe]$ が、0. 3 5 ~ 1. 0 0 の範囲にある

チタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700Mpa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とする面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板。

【請求項2】 酸素等量値Qが0.68～1.00の範囲にあり、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも900Mpa上であることを特徴とする請求項1に記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板。

【請求項3】 質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブをβ変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直行する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が0.7～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項1記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板の製造方法。

【請求項4】 質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.68～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブをβ変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直行する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が0.7～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項2記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、発明者はTi-Fe-O-N系高強度合金の異方性の原因を鋭意検討した結果、初期圧延方向と直交する方向に適度な圧下率で一度だけ圧延することにより、複雑なクロス圧延を繰り返さなくとも、強度および延性の面内異方性が著しく減少するという知見を得るに至り、本発明を完成させたもので、本発明は、下記の構成を要旨とする。

(1) 質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700Mpa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とする面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板。

(2) 酸素等量値Qが0.68～1.00の範囲にあり、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも900Mpa上であることを特徴とする請求項1に記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板。

(3) 質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブをβ変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、それと直行する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が0.7～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項1記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板の製造方法。

(4) 質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.68～1.00の範囲にあるチタン合金の鋳塊またはスラブを、当該合金のβ変態点以下の温度域に加熱し、分塊圧延を行い、分塊後のスラブをβ変態点以下の温度域に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を順次行った後に焼鈍して、チタン合金板を製造する方法において、分塊圧延方向と幅出し圧延方向が同一方向で、

それと直行する方向が、長さ圧延方向であり、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比が0.7～1.43の範囲であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率が80%以上であり、さらに、圧延後の板を600℃～β変態点未満の温度にて10分以上焼鈍することを特徴とする請求項2記載の面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板の製造方法。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】本発明は、上記知見を基になされたもので、Ti-Fe-O-N系合金の冶金的特徴を充分に活用した発明である。さて、本発明の、低コストでかつ板面内異方性が小さく、板の長さ方向および幅方向ともに高強度・高延性であるような実用的Ti-Fe-O-N系Ti合金板は、前記(1)のような特徴がある。すなわち、質量%で、Fe:0.8～2.3%、N:0.05%以下を含有し残部が実質的にTiであって、酸素等量値： $Q = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ が、0.35～1.00の範囲にあるチタン合金板において、板の長さ方向および幅方向の引張強さが、いずれも700MPa以上で、かつ、長さ方向と幅方向の引張強さの比が0.95以上1.05以下であり、さらに、長さ方向および幅方向の引張伸びが、いずれも15%以上であることを特徴とする面内異方性の小さいTi-Fe-O-N系高強度Ti合金板である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】また、Q値を0.35～1.00としたのは次の理由による。すなわち、 $Q値 = [\%O] + 2.77[\%N] + 0.1[\%Fe]$ は、合金の強度を示す指標であり、合金元素である、O、N、Feの強度に寄与する程度が、O:N:Fe=1:2.77:0.1であることをもとに考案された式である。そして、Qが0.35～1.00となるような合金は、700MPa～1200MPa程度の引張強さを有する高強度合金である。すなわち、Qが0.35に満たないような合金では、強度が低いため、また、Qが1.00を超えるような超高強度合金は、元来延性が低く、板の長さ方向および幅方向ともに、15%以上の引張伸び確保することが困難であるため、本発明の対象外である。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正内容】

【0032】以上の実施例に対し、試験番号9、14、15、17、19では、板の長さ方向と幅方向の両方向の伸びが小さくなる、あるいは、一方向の延性が小さく強度が高い面内異方性が現れてしまった。試験番号9は、板圧延前のスラブ加熱温度が、β変態点以上で、本発明4の方法に規定された温度域をはずれたため、組織が粗大化し延性が両方向とも乏しくなった。試験番号14は、分塊圧延と幅出し圧延の総圧下率(a)と長さ方向圧延の圧下率(b)の比(a/b)が、本発明4に記載の方法に規定された0.70～1.43の範囲よりも大きく長さ方向の引張伸びが不十分であり、また板の長さ方向の引張強さ(c)と板幅方向の引張強さ(d)の比(c/d)も、本発明3に記載された0.95～1.05の範囲を逸脱しており、板面内異方性が強くなってしまった。試験番号15は、焼鈍温度が本発明4記載の方法に規定された下限温度以下であったため、拡散が不十分で歪の除去が不十分となり両方向とも高延性が達成されなかった。試験番号17は、焼鈍時間が、本発明4記載の方法に規定された下限時間以下であったため、拡散が不十分で歪の除去が不十分となり両方向共に高延性が達成されなかった。試験番号19は、焼鈍温度が、本発明4記載の方法に規定された上限温度以上のβ変態点以上であったため、組織が粗大化し、これも両方向の延性が低下してしまった。

<実施例3>真空アーク二回溶解法にて表5に示す組成、β変態点のTi-Fe-O-N系チタン合金を溶解し、1000℃加熱鍛造により、250mm厚-1000mm幅のスラブとし、β変態点以下の温度である850℃に加熱し、分塊圧延を行い90mm厚-1000mm幅とした。このスラブを、900mm長さに細分切断し、再度850℃に加熱し、幅出し圧延、長さ方向圧延を行い6mm厚の板を製造した。このときの圧延方向は、スラブ圧延方向と幅出し圧延の方向が等しく、長さ方向圧延はこれと直交する方向で行った。すなわち、スラブの幅、長さ方向は、製品板の長さ、幅方向に各々対応する。また、このときの、分塊圧延および幅出し圧延の総圧下率と、長さ方向圧延の圧下率の比は、1.00であり、分塊圧延、幅出し圧延、長さ方向圧延の総圧下率は97.6%である。その後、圧延した板は750℃-1hの焼鈍を行い空冷した。そしてこの板の長さ方向および幅方向の引張試験片を切り出し、引張試験を行った。試験結果を表5に併せて示す。